

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-110445

(43)Date of publication of application : 10.05.1991

(51)Int.Cl.

G01N 15/08  
B01D 65/10

(21)Application number : 01-248497

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 25.09.1989

(72)Inventor : TAKAGI YASUYUKI  
OTANI SUMIO  
YOKOTA MINORU

### (54) COMPLETENESS TESTING METHOD

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To detect a defect of the structural parts of a filter and a filter cartridge at high precision by measuring diffusion flow rate of pressure holding value at the pressure of at least two points in a range of  $\leq 90\%$  value of a bubble point of the filter.

**CONSTITUTION:** Liquid such as water which is low in solubility of gas and small in diffusion coefficient and high in surface tension  $\delta$  is utilized for test liquid. The contact angle of test liquid and a membrane is regulated to  $\theta$ . The relation of radius ( $r$ ) of a defect of a filter or a cartridge and the spray pressure  $P$  of test liquid is shown in  $r = 2\delta \cos\theta / P$ . Spray amount  $QL$  (ml/min) is obtained by an expression  $QL = 15\pi d^4 \Delta P / 32L\eta$  in the case of ( $d$ ) ( $\mu\text{m}$ ) diameter of a defect,  $\Delta P$  (bar) differential pressure,  $L$  (m) length of the defect and  $\eta$  ( $\mu\text{poise}$ ) viscosity of spray fluid. Accordingly, completeness can be tested at the pressures for two or more points of  $\leq 90\%$  value of bubble, with the diffusion flow rate or pressure holding value and differential values between measurement points as an inspection standard point.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-110445

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)5月10日

G 01 N 15/08  
B 01 D 65/10

A 7005-2G  
8014-4D

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑯ 発明の名称 完全性試験方法

⑰ 特 願 平1-248497

⑱ 出 願 平1(1989)9月25日

⑲ 発 明 者 高 木 隆 行 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内  
 ⑲ 発 明 者 大 谷 純 生 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内  
 ⑲ 発 明 者 横 田 稔 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内  
 ⑳ 出 願 人 富士写真フィルム株式会社 神奈川県南足柄市中沼210番地

明 細 書

1. 発明の名称 完全性試験方法

2. 特許請求の範囲

フィルターのバブルポイント値の90%以下の圧力範囲で、二点以上の圧力における圧降流量又はアレクシャナーキープ値を測定し、その測定値及び測定点間の百分性を換算係数とするフィルターまたはフィルターカートリッジの完全性試験方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は濾体の透過に使用されるフィルターおよびフィルターカートリッジの完全性試験方法に関するものである。更に詳しくは精密濾過膜あるいは膜外濾過膜フィルターおよびフィルターカートリッジの完全性試験方法に関する。

ここでいうフィルターおよびフィルターカートリッジは液体中に存在する微粒子や微生物を透過除去するもので、半導体製造工程、医薬製造工程、食品・飲料水・アルコール飲料等の製造工程等で用いられるものである。

(従来の技術)

上記の如き分野で用いられるフィルターおよびフィルターカートリッジは、それぞれの分野の製造工程での目的により様々なものが用いられているが、性能的に重要な役割を果しているものは10μm以下通常は1μmないしは0.1μmの単位の大サイズの微粒子や微生物を捕獲除去する精密濾過膜や生物反応生成物や蛋白質の加水高分子物質の一定の分子量以上のものの透過を許さない膜外濾過膜を用いたフィルターないしはフィルターカートリッジである。これらフィルターあるいはフィルターカートリッジは医薬製造工程や食品・飲料水・アルコール製造工程では直接製品ないしは半製品の濾過や、製品成分となる液体の濾過、工程洗浄水の濾過等に使用される。この濾過膜を担う濾過膜は多孔性で、その内部に微細な空隙を有したスポンジ構造ないしは膜の一面は空隙を有する膜で他面は微細な膜を有する構造であり、その空隙率は最大90%と成るものもある。ここで言うフィルターカートリッジとは、濾過用多孔性膜をブレード状に加工して折り目をつけ、この

## 特開平3-110415(2)

ブリーフ折り目を平行にした方向に高さを持った円筒状の濾過膜濾液体を形成したブリーフ型フィルターカートリッジや、濾液通路を有する平板状の支持体の上下両面に濾過膜を接合させた濾過ユニットを複数してなる円筒型濾過フィルターカートリッジなどを挙げる事が出来る。このようなフィルターないしはフィルターカートリッジの用途においては濾過原液の中に含まれる微生物や微粒子の濾過液への漏洩は許されない。もし濾過液側に微生物や微粒子が存在すると有害な医薬品や食品製品を製造することになる。特に医薬品の場合は、僅か1回の微生物が漏洩した場合でも保存中或いは運送中に増殖し、耐しい量の菌を含有し医薬品や食品となってしまう。このような医薬品や食品は、人体に有害であることは言うまでもない。またバイロジェン物質の細菌繁殖性を濾過液側に漏洩するとこれら医薬品等を投与した場合に発熱するという重大な事故となる。このような事を防止するためにフィルターおよびフィルターカートリッジの製造業者は綿密な製造工程管理や品質管理を行っている。それに加えてフィル

ターおよびフィルターカートリッジの使用者も使用の前後に使用しようとしているフィルターないしはフィルターカートリッジが微生物や微粒子を漏洩防止する性能が目的とするものであることを確認する。この微生物や微粒子を漏洩防止する性能を試験する方法が完全性試験 (Integrity Test) である。

完全性試験の方法は大きく分類すると概ね3種の方法が件われており、それぞれは(1)バブルポイント法、(2)圧差検出法、(3)ブレッシャーホールド法である。これらいずれの方法も原理は試験するフィルターあるいはフィルターカートリッジの濾過膜に液体(試験液)を充填しこの試験液を含む膜の一次側に二次側よりも大きな圧力の気体を負荷し、この気体の二次側への流れの移動ないしは流量を測定しフィルターないしはフィルターカートリッジの重大な欠陥の存在を判定する。以下にさらに詳しく各々の試験方法について説明する。

## (1)バブルポイント法

試験する濾過膜の二次側に液体(通常は水やアル

コール)を封じ、一次側に気体を通入す。この圧力を漸次増大し、二次側に気泡が発生する圧力でフィルターあるいはフィルターカートリッジに存在する最大孔径ないしは空隙の大きさを判断し、フィルターないしはフィルターカートリッジとしての漏洩性の完全さを判定する方法である。一次側の圧力が小さい時は二次側の液体中には気泡が見られないが、圧力が一定の値を越えると濾過膜に存在する最大孔径あるいは濾過膜、濾過膜とフィルターカートリッジ部品の接合部分に存在する空隙、フィルターカートリッジ部品等に存在する空隙等の内の最大孔径ないしは空隙を通じて気泡が発生するのが観察される。この圧力をバブルポイントという。バブルポイントは気体の通過する孔径ないしは空隙の大きさに比例している。従ってこの圧力から気体が通過してきた孔径ないしは空隙の大きさを判断することができる。

## 圧差検出法

フィルターないしはフィルターカートリッジの多孔質である濾過膜の中に試験液を充填させ気泡の膜を形成する。一次側に気体を存在させ、圧力をか

けて二次側に流れてくる気体の量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジ中に存在する最大孔径ないしは空隙の大きさを推定するものである。一次側の濾過膜中の液体の表面では圧力が大きくなるに従って一次側の気体が液体に溶解する量は増大する。液体中に気体の濃度勾配が発生し、溶解した気体は拡散により二次側に移動していく。一次側の気体の圧力が小さいときには濾過膜を通じて二次側へ移動する気体の量は拡散によるものだけであるが、漸次圧力を大きくしていくと前述のバブルポイントに達し、この孔径ないしは空隙を通じて気体は比較的小きな圧力で透過性となり二次側に流れることが可能になる。すなわちこのバブルポイントに達すると空隙に二次側に流れる気体流量は増大する。この二次側に流れる気体流量を測定することによりフィルターないしはフィルターカートリッジに存在する最大孔径ないしは空隙の大きさを判定することができる。微生物や微粒子を漏洩しない孔径や空隙の大きさを予め決めておき、その値より計測される圧力以下の圧力で二次側に流れる気体

特開平3-110445(3)

流量が放散流のみであることを確かめてフィルター  
ないしはフィルターカートリッジが目的の微生物な  
いしは微粒子の捕獲能を有していることを確認する。  
即ちプレッシャーホールド法

この方法は放散法と同様に透過膜に放散流を  
充滿し、一次側と二次側に気体を存在せしめ、一次  
側の気体体積と圧力を一定にし試験液を充滿した透  
過膜を通じて両側の透過とともに流れる液体の液に  
従って減少する一次側の気体の圧力を測定し、フィ  
ルターやフィルターカートリッジに存在する最大の  
凡や空隙の大きさが目的の微生物や微粒子の捕獲能  
を有していることを確認する。

フィルター及びフィルターカートリッジのユーザ  
ーは、上記三種の方法の中から、メーカーの推奨す  
る方法に従い、完全性試験を実施していた。

< 発明が解決しようとする課題 >

しかしながら、捕獲すべき菌や微粒子を放らして  
しまうような欠陥からの気体の放散が十分に小さい  
場合は、上記試験方法では欠陥の存在を見出すがそ  
れがあった。特に特開昭56-154051号特開昭62-270

も放出する放散流量の値や、プレッシャーホールド  
法が相対的に大きくなり、検出しにくくなる懸念が  
ある。

本発明はこの様な問題を解決する方法を提供する  
ものである。すなわち本発明はフィルターおよびフ  
ィルターカートリッジの完全性試験において、フィ  
ルターおよびフィルターカートリッジの透過部分に  
存在する欠陥をより高精度に検出することを目的と  
するものである。

< 課題を解決するための手段 >

上記課題を顕著検討した結果、上記何れの完全性  
試験方法でも検出が困難であった、捕獲すべき菌や  
微粒子を放らしてしまうような大きさの欠陥を検出  
するには、フィルターのバブルポイント法の90%  
以下の範囲で、二点以上の圧力における放散流量又  
はプレッシャーホールド性を測定し、その測定値及  
び測定点間の差分値を検査基準とするフィルターま  
たはフィルターカートリッジの完全性試験方法によ  
って検出されることを発見した。さらに詳細につい  
て以下に説明する。フィルター又はフィルターカー

トリッジに記載されているが如き其方位を有する膜孔性透  
過膜では、孔径の異なる箇所を一次側として用いる場  
合は、一次側の気体の圧力を高くすれば高くするほ  
どフィルターに保持される試験液の厚みが薄くなり  
結果として測定されるプレッシャーホールド法の圧  
力減少量や放散流量が大きく観測されるようになり、  
さらに欠陥の存在を見出す確率が高くなる。

また、フィルターまたはフィルターカートリッジ  
の厚れのばらつきや、膜の取付工程でのばらつきが  
大きい場合には、これら欠陥から放出する放散流が  
十分小さい場合にせ、そのばらつきの範囲内に検出  
されず隠れてしまう恐れがあった。

また、一般的には透過作業は長時間に行うことが  
求められる。特に医薬製造工程で用いられる時は透  
過膜の汚染汚染を防止するために短時間試験を必要  
とする。このため試験時間の透過量を大きくするた  
めに透過面積の大きいフィルターないしはフィルタ  
ーカートリッジが用いられる。しかし透過  
面積を大きくすると上記完全性試験において、検出  
すべき欠陥から放出する流量に対して、膜面全体か

トリッジに存在する欠陥の大きさ(半径r)と、欠  
陥に含まれた試験液が吹き出る圧力Pの関係は、

$$r = 2 \sigma \cos \theta / P$$

上記の式に於いて、 $\sigma$  : 試験液の表面張力  
 $\theta$  : 試験液と膜の接触角を表す。

と表される。即ち、フィルター又はフィルターカー  
トリッジに欠陥が存在した場合、ある特定の圧力P  
で空気が吹き出す。また、欠陥から放出する空気の  
量は、以下に示すようなハーゲンポアズイユの式に  
よって求められる。

$$Q_v = 15 \pi d^4 \Delta P / 32 \eta L$$

上記の式に於いて、 $Q_v$  : 気体の放出速度  
( $ml/min$ )、 $d$  : 欠陥の直径 ( $\mu m$ )、  
 $\Delta P$  : 差圧 ( $bar$ )、 $L$  : 欠陥の長さ ( $m$ )  
 $\eta$  : 放出する気体の粘度 ( $\mu Poise$ ) を  
表す。

本発明に於ける二点以上の測定圧力は、上記欠陥  
が含まれるような範囲に設定する。得られた測定値  
の差を、測定圧力の差で割ったものが、差分値とな  
る。得られた差分値は、上記欠陥が存在したならば、

特開平3-110445(4)

通常よりも大きく観察されるはずである。

この改良した完全性試験法に適用できるフィルタカートリッジの種類は問わないがこの効果が必要なのは組み込まれている膜面積が大きいものである。たとえば、4寸から2.1寸の有効膜面積を有するシングルオープンエンドダブルオープンエンドタイプのブリーフ型フィルタカートリッジや、0.05寸から0.2寸の有効膜面積を有する円盤膜型フィルタカートリッジをあげることができる。フィルタカートリッジに組み込まれている膜厚の構造はいずれのものでも本改良完全性試験を行うことができるが、本発明の効果が顕著なのは例えば特開昭56-154051や特開昭62-27066に記載されているような異方向を有する多孔性濾過膜の如き試験圧力の増大に伴って膜に含まれる試験液の量が大きくなり、結果として観測される圧差増量や、プレッシャーホールド値が大きく観測されるような構造を持つものである。またこの発明に適用する試験法の種類は問わない。一般的には水あるいはイソプロピルアルコール、エタノール、メタノール等のアルコ

ールが使われるが、特にしくは水などの、比較的液体の溶解度が低く、試験液量が小さく、表面張力が高く、熱のバブルポイントが高く観察されるものが良い。

実施例

平均孔径が0.2μmのポリスルホン製精密濾過膜(バブルポイント値5.5kgf/cm<sup>2</sup>)を0.2寸の細ら込んだ円板膜型フィルタカートリッジI及びフィルタカートリッジIIの完全性試験を本発明の方法にしたがって実施した。試験圧力は2.5kgf/cm<sup>2</sup>、3.25kgf/cm<sup>2</sup>、4.0kgf/cm<sup>2</sup>で、試験液は水で、濾過膜への試験液の充満は、フィルタカートリッジをフィルタヘウリングに装着し25じの圧換水を一定流速で5分間濾過することによって行った。その結果を図1及び1'図に示す。更にASTMに示される方法に基づいて細菌フィルターの除菌テストを行った結果について示した。(菌種、指標菌はPseudomonas distans ATCC 19146)

第2表

試験圧力 kg/cm <sup>2</sup>	サンプルI		サンプルII	
	試験液量の増分値 (ml/min)	試験液量の増分値 (ml·cm <sup>2</sup> /kgf·min)	試験液量の増分値 (ml/min)	試験液量の増分値 (ml·cm <sup>2</sup> /kgf·min)
2.5	4.8	—	4.3	—
3.25	7.2	3.2	7.6	4.4
4.0	9.6	2.2	10.0	3.2
除菌結果	除菌なし		除菌する	

上記の結果、サンプルIでは、試験液量及び試験液量の増分値には異常は見られない。一方サンプルIIでは、試験液量値には異常は見られないが、試験液量の増分値には3.25kgf/cm<sup>2</sup>の値に異常が見られる。また、除菌結果から、サンプルIIには欠陥が存在したことを裏付ける。カートリッジの分解の結果、サンプルIIには微小な欠陥が存在することが判明した。

特許出願人 富士写真フイルム株式会社